



REC'D 28 DEC 2004

WIPO

PCT

# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 18 OCT. 2004

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA  
RÈGLE 17.1.a) OU b)

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr



26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

BEST AVAILABLE COPY

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété Intellectuelle - Livre VI



## REQUÊTE EN DÉLIVRANCE page 1/2



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 e W / 210502

<b>REMISE EN SPÉCIES</b> DATE <b>30 OCT 2003</b> LIEU <b>35 INPI RENNES</b> N° D'ENREGISTREMENT <b>0312765</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI <b>30 OCT. 2003</b>		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</b> Cabinet Patrice VIDON 16 B, rue Jouanet - BP 90333 Technopôle Atalante 35703 RENNES CEDEX 7 FRANCE	
<b>Vos références pour ce dossier (facultatif)</b> 8706			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b>		<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie	
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale		N° _____ Date _____	
ou demande de certificat d'utilité initiale		N° _____ Date _____	
Transformation d'une demande de brevet européen		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale		N° _____ Date _____	
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> Installation et procédé d'épuration d'un effluent aqueux par oxydation et par filtration membranaire.			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)</b>		<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale <input type="checkbox"/> Personne physique	
Nom ou dénomination sociale		OTV SA	
Prénoms			
Forme juridique		Société Anonyme	
N° SIREN		14 33 96 25 816	
Code APE-NAF			
Domicile ou siège	Rue	L'Aquarène 1, Place Montgolfier	
	Code postal et ville	19 44 17 SAINT-MAURICE CEDEX	
	Pays	FRANCE	
Nationalité			
N° de téléphone (facultatif)		N° de télécopie (facultatif)	
Adresse électronique (facultatif)			
<input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»			

Remplir impérativement la 2<sup>ème</sup> page



BEST AVAILABLE COPY

BREVET D'INVENTION  
CERTIFICAT D'UTILITÉREQUÊTE EN DÉLIVRANCE  
page 2/2

BR2

ÉMISSION DES PIÈCES		Réserve à l'INPI
LIEU		30 OCT 2003 35 INPI RENNES
N° D'ENREGISTREMENT		0312765
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		

DB 540 W / 210502

<b>6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)</b>		
Nom		VIDON
Prénom		Patrice
Cabinet ou Société		Cabinet Patrice VIDON
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		
Adresse	Rue	16 B, rue Jouanet - BP 90333 Technopôle Atalante
	Code postal et ville	35 17 10 13 RENNES CEDEX 7
	Pays	FRANCE
N° de téléphone (facultatif)		02 99 38 23 00
N° de télécopie (facultatif)		02 99 36 02 00
Adresse électronique (facultatif)		vidon@vidon.com
<b>7 INVENTEUR (S)</b>		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence): AG <input type="text"/>
<b>10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS</b>		<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences
Le support électronique de données est joint		<input type="checkbox"/>
La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe		<input type="checkbox"/>
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes		
<b>11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire) P. VIDON (Mandataire CPI n° 92 1250) P. D. LAROCHE CPI 94 1201		<b>VISA DE LA PRÉFECTURE</b> OU DE L'INPI INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE RENNES

## BEST AVAILABLE COPY

### Installation et procédé d'épuration d'un effluent aqueux par oxydation et par filtration membranaire.

L'invention concerne le domaine de l'épuration des effluents aqueux et s'applique notamment, mais non exclusivement :

- 5           – au traitement des eaux usées industrielles ou domestiques ;
- au traitement des lixiviats (percolats) de décharge ;
- au traitement des eaux de surface en vue de leur potabilisation ;
- au traitement de dépollution des eaux souterraines ;
- au traitement des concentrats de filtration membranaire.

10           Les traitements d'épuration des effluents aqueux ont pour objectif principal d'éliminer la matière organique difficilement biodégradable contenue dans ces effluents. Plusieurs procédés peuvent être mis en oeuvre pour atteindre un tel objectif.

15           Il est ainsi connu de filtrer les effluents sur un matériau adsorbant, tel que du charbon actif, susceptible de retenir la matière organique qu'ils contiennent. Une telle technique présente l'inconvénient majeur de nécessiter de grandes quantités de matériau adsorbant, pour une quantité donnée de matière organique à éliminer, et donc d'être très coûteuse. La régénération du matériau adsorbant est elle-même onéreuse.

20           D'autres procédés mettent en oeuvre une filtration sur membrane, tel qu'une membrane de microfiltration, d'ultrafiltration, de nanofiltration, ou d'osmose inverse. Outre le fait qu'ils sont également relativement coûteux, de tels procédés présentent aussi l'inconvénient de concentrer la matière organique polluante plutôt que de la détruire. Cette matière organique récupérée doit donc  
25           ensuite être dégradée, généralement par incinération.

          Encore d'autres procédés d'élimination de la matière organique mettent en oeuvre une étape consistant à faire flocculer celle-ci, en introduisant un ou plusieurs composés coagulants dans les effluents traités. Ces composés coagulants peuvent être des composés minéraux, tels que par exemple du  
30           polychlorure d'aluminium, du sulfate d'alumine ou du chlorure ferrique ou bien

**BEST AVAILABLE COPY**

des composés organiques, tels que par exemple des polymères cationiques. Les floccs formés par la matière organique coagulés peuvent ensuite être éliminés par décantation.

5 De tels procédés présentent l'inconvénient majeur de produire énormément de boues, qui constituent un sous-produit difficile à éliminer. On notera que, selon un procédé de coagulation-floculation-décantation amélioré, l'étape de floculation peut être combinée à une oxydation par introduction dans l'effluent du réactif de Fenton ( $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ ). Bien que moins importantes que dans le cas d'un procédé de floculation classique, les quantités de boues produites lors  
10 de la mise en oeuvre d'un tel procédé n'en restent pas moins très importantes.

Enfin, certains procédés d'épuration des effluents aqueux mettent en oeuvre une étape d'oxydation poussée de la matière organique grâce à un oxydant puissant (tel que par exemple l'ozone, le chlore, le bioxyde de chlore) ou grâce à un système oxydant puissant (tel que par exemple Ozone/UV, ozone  
15 peroxyde d'hydrogène, peroxyde d'hydrogène/UV). L'oxydation permet la dégradation des molécules organiques en molécules plus petites et mieux biodégradables.

Parmi les produits oxydants classiquement utilisés pour oxyder la matière organique, l'ozone est l'oxydant le plus intéressant, car il est capable de détruire  
20 complètement la matière organique en la « minéralisant », sous certaines conditions de mise en oeuvre, en dioxyde de carbone et en sels minéraux. De plus, l'ozone autorise des réactions radicalaires impliquant le radical libre OH qui permet d'oxyder très fortement la matière organique lorsqu'il est appliqué à un pH basique ou en combinaison avec le peroxyde d'hydrogène ou bien encore  
25 avec un rayonnement ultra-violet (le potentiel d'oxydo-réduction du peroxyde d'hydrogène est de 1,6 volts, celui de l'ozone est de 2,07 tandis que celui du radical OH est de 2,7).

Les procédés mettant en oeuvre une oxydation permettent donc de détruire la matière organique polluante contenue dans les effluents aqueux et non  
30 simplement de la concentrer comme c'est le cas dans les procédés de filtration ou

**BEST AVAILABLE COPY**

de la séparer de la phase aqueuse comme c'est le cas dans les procédés de coagulation-floculation-décantation.

De tels procédés montrent toutefois l'inconvénient économique de nécessiter des quantités relativement importantes de produit(s) oxydant(s) pour  
5 traiter une quantité donnée d'effluents.

L'invention a pour objectif de fournir un procédé d'épuration d'effluents aqueux incluant une étape d'oxydation optimisée, c'est-à-dire dans laquelle la quantité de produit oxydant nécessaire pour traiter un volume donné d'effluent aura été réduite par rapport aux techniques classiques d'oxydation.

10 Un tel procédé pourra être utilisé pour épurer les eaux très chargées en matière organique comme par exemple certains effluents industriels ou encore les lixiviats de décharge, c'est-à-dire les eaux s'écoulant à travers des déchets stockés. Ces effluents se caractérisent généralement par une charge en matière organique très importante et très peu biodégradable. Classiquement ces lixiviats  
15 montrent un ratio  $DBO_5/DCO$  souvent inférieur à 0,1 traduisant une très faible biodégradabilité (la  $DBO_5$  représente la « Demande Biologique en Oxygène » de l'effluent et traduit la quantité totale de matière organique présente dans celui-ci). L'épuration de tels effluents est donc problématique puisque seuls des  
20 procédés de traitement coûteux peuvent être utilisés pour les décharger de leurs matières organiques. En particulier, il ne pouvait être envisagé jusqu'ici de traiter les lixiviats de décharge par des techniques mettant en oeuvre des oxydants puissants avec des coûts de traitement raisonnables.

Un autre objectif de l'invention est de fournir une installation d'épuration mettant en oeuvre peu de produit par rapport aux techniques existantes de l'état  
25 de l'art.

Ces objectifs, ainsi que d'autres qui apparaîtront par la suite, sont atteints à l'aide d'une installation d'épuration d'un effluent aqueux chargé en matière organique, du type comprenant au moins un réacteur présentant au moins une arrivée dudit effluent au moins une sortie dudit effluent et au moins un événement, des  
30 moyens d'injection d'au moins un gaz oxydant, ledit réacteur contenant un lit

**BEST AVAILABLE COPY**

d'un matériau permettant de catalyser la réaction d'oxydation de ladite matière organique dudit effluent et/ou d'adsorber cette matière organique. Selon l'invention, ledit réacteur intègre également un dispositif de filtration à membranes immergées et ledit réacteur définit une unique chambre intégrant les  
5 traitements d'oxydation et de filtration dudit effluent, ladite chambre étant prévue de telle sorte que ledit effluent et ledit gaz oxydant soient injectés à co-courant en direction dudit lit de matériau catalyseur puis dudit dispositif de filtration à membranes.

Clairement, l'invention propose donc une solution pour regrouper  
10 plusieurs traitements à l'intérieur d'un même cuvelage.

On comprendra qu'une telle intégration offre de multiples avantages, au rang desquels on peut citer :

- la réduction des coûts de fonctionnement liés à la filtration et à la mise en suspension du matériau catalyseur et/ou adsorbant ;
- 15 - le gain économique du à la suppression d'ouvrages et d'accessoires ;
- le gain de place induit par la réalisation d'un réacteur plus compact ;
- la simplification du schéma hydraulique avec la réduction des  
20 équipements.

Grâce à une telle intégration selon l'invention, on obtient une combinaison de traitement de l'effluent qui présente une réelle synergie.

En effet, le gaz oxydant exerce dans l'installation selon l'invention plusieurs fonctions du fait du regroupement dans une unique chambre des  
25 moyens de traitement tels ceux définis.

Tout d'abord, le gaz oxydant exerce bien entendu une fonction de dégradation des matières organiques dissoutes dans l'effluent à traiter.

Le gaz oxydant exerce une seconde fonction qui est de maintenir ledit matériau en suspension dans le réacteur, ce qui permet d'optimiser l'action de  
30 celui-ci.

Le gaz oxydant exerce encore une autre fonction qui est de limiter le colmatage des membranes du dispositif de filtration, grâce à l'action mécanique du gaz sur les membranes qui conduit notamment à améliorer le débit de l'effluent.

5 On note que le regroupement selon l'invention de moyens d'injection d'un gaz oxydant tel que l'ozone et d'un dispositif de filtration à membranes dans un même réacteur est une approche allant à l'encontre des pratiques traditionnelles qui conduisent à séparer, à l'aide de deux cuves distinctes, le traitement d'oxydation et le dispositif à membranes, l'ozone (utilisée  
10 généralement comme gaz oxydant) étant considérée par l'homme du métier comme source de dégradation des membranes.

Or, de façon surprenante, la Demanderesse a constaté que l'intégration dans un même réacteur de traitements d'oxydation et de filtration membranaire, n'entraîne pas de dégradation par l'ozone des membranes après oxydation des  
15 matières organiques réfractaires de l'effluent. Au contraire, l'ozone contribue à limiter le colmatage des membranes, combinant l'action mécanique des bulles de gaz et éventuellement l'action oxydante sur la matière organique colmatante présente à la surface de la membrane, augmentant ainsi les durées de cycle de celle-ci.

20 Sous des conditions optimales de fonctionnement, cette action de l'ozone, ou plus généralement du gaz oxydant, sur les membranes s'avère donc plus performante que si l'on procédait à une simple aération des membranes par injection d'air ou d'oxygène injecté au niveau des membranes.

L'invention s'avère donc particulièrement efficace et économique, comparée à l'approche traditionnelle qui aurait conduit l'homme du métier à  
25 utiliser deux cuves : l'une pour l'oxydation par l'ozone, éventuellement en présence d'un catalyseur, de l'effluent, l'autre cuve pour la filtration membranaire de l'effluent oxydé, cette seconde cuve étant pourvue d'un système d'aération spécifique aux membranes. De plus, ce type d'installation conduirait  
30 l'éventuel catalyseur non ozoné à se saturer dans la seconde cuve, ce qui



risquerait bien entendu d'amener ce catalyseur à ne plus pouvoir jouer son rôle dans la première cuve une fois réinjecté dans celle-ci.

En outre, l'installation selon l'invention permet d'obtenir une régénération du matériau catalyseur et/ou adsorbant directement au sein du réacteur, cette régénération s'opérant avantageusement de façon continue.

Selon une solution avantageuse, ledit matériau est constitué par un matériau solide minéral présentant une capacité d'adsorption des matières organiques, préférentiellement dopé en substances métalliques.

On obtient de cette façon un lit d'un matériau particulièrement efficace et actif puisqu'il optimise l'action d'oxydation du gaz oxydant et retient en son sein une fraction importante des matières organiques de l'effluent.

Avantageusement, ledit matériau est présent dans ledit réacteur sous forme d'un lit fluidisé. Dans ce cas, ledit catalyseur présente préférentiellement une granulométrie inférieure à 100  $\mu\text{m}$  et, d'une façon préférentielle, une granulométrie comprise entre environ 10nm et environ 40  $\mu\text{m}$ .

Selon une solution préférée, ledit matériau comprend l'un au moins des matériaux appartenant au groupe suivant :

- alumine ;
- titane ;
- charbon ;
- charbon actif ;
- oxydes polymétalliques.

Selon une première variante de réalisation, les membranes sont des membranes de micro-filtration.

Selon une deuxième variante de réalisation, les membranes sont des membranes d'ultra-filtration.

Selon une troisième variante de réalisation, les membranes sont des membranes de nano-filtration.

En fonction de l'objectif recherché, on adoptera l'une ou l'autre de ces variantes, cet objectif pouvant par exemple être d'obtenir une simple séparation

du matériau et de l'effluent traité, avec traitement des substances indésirables.

Par ailleurs, selon un premier mode de réalisation, les membranes sont de type minéral.

5 Selon un deuxième mode de réalisation, les membranes sont de types organiques.

Avantageusement, ledit matériau forme une pré-couche à la surface dudit dispositif de filtration à membranes.

10 Le gâteau ainsi formé par le matériau à la surface de la membrane tend à améliorer sensiblement les performances de filtration et de traitement de la membrane correspondante.

Préférentiellement, ledit gaz oxydant comprend l'un au moins des oxydants appartenant au groupe suivant :

- air ;
- ozone ;
- 15 – air ozoné ;
- oxydes d'azote ;
- oxygène ;

20 L'ozone pourra être choisi en particulier comme oxydant puissant pouvant donner naissance à des radicaux libres très oxydants et permettant la décomposition de la matière organique soit en la transformant en matières biodégradables soit en la minéralisant en dioxyde de carbone et en sels minéraux. D'autres oxydants, tels que ceux mentionnés précédemment, peuvent toutefois être envisagés par l'homme du métier.

25 Selon une solution avantageuse, l'installation comprend des moyens d'ajout d' $\text{H}_2\text{O}_2$  dans ledit réacteur.

Cet ajout d' $\text{H}_2\text{O}_2$  pourra être réalisé de façon continue ou séquentielle, son pouvoir oxydant se combinant éventuellement avec celui de l'ozone.

Selon une autre caractéristique, l'installation comprend une boucle de recirculation dudit effluent dans ledit réacteur.

30 On peut de cette façon assurer un temps de contact de l'effluent avec les

réactifs au sein du réacteur tout en autorisant un débit de l'effluent assez soutenu.

On peut de cette façon augmenter, si besoin, les temps de traitement de l'effluent au sein du réacteur.

5 Préférentiellement, ledit réacteur est réalisé sous la forme d'une colonne non agitée mécaniquement.

L'invention concerne également un procédé mis en oeuvre à l'aide de l'installation qui vient d'être décrite et caractérisé en ce que l'intégration dudit gaz oxydant dans ledit réacteur est réalisée de façon continue.

10 Selon une solution préférée, la durée de contact entre ledit effluent et ledit matériau est comprise entre environ 5 minutes et environ 3 heures, cette durée étant préférentiellement comprise entre environ 30 minutes et environ 60 minutes.

Avantageusement, le procédé comprend une étape de re-circulation du gaz provenant de l'évent du réacteur.

15 Préférentiellement, l'étape de filtration est effectuée par aspiration en configuration externe-interne.

Cette étape étant avantageusement réalisée avec une pression d'aspiration comprise inférieure à environ 1 bar, et préférentiellement avec une pression d'aspiration comprise entre environ 0,1 bar et environ 0,8 bar.

20 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront plus clairement à la lecture de la description suivante d'un mode de réalisation préférentiel de l'installation selon l'invention, donné à titre d'exemple illustratif et non limitatif, en référence à la figure 1 unique qui est une vue schématique d'une installation selon l'invention.

25 Tel qu'illustré par la figure 1, l'installation comprend un réacteur 1 présentant une conduite 9 d'arrivée de l'effluent à traiter, une conduite 10 de sortie de l'effluent traité, un évent 5 dans sa partie supérieure destiné à l'évacuation des gaz et des moyens de recirculation 6 de ce gaz en pied de réacteur..

30 L'installation comprend en outre des moyens d'injection continue 2

d'ozone dans le réacteur, qui contient par ailleurs un matériau 3 se présentant sous forme d'un lit fluidisé.

Un dispositif de filtration membranaire 4 est de plus intégré dans le réacteur 1.

5           Ainsi constitué, le réacteur 1 définit donc une unique chambre qui intègre à la fois des traitements d'oxydation et de filtration de l'effluent, cette chambre unique étant prévue selon l'invention de telle sorte que l'effluent et le gaz oxydant (en l'occurrence l'ozone) soit injecté à co-courant en direction du lit de matériau catalyseur 3 puis des membranes de filtration 4.

10           On note que ce réacteur est réalisé sous la forme d'une colonne non agitée mécaniquement, l'injection de l'effluent et du gaz oxydant étant réalisée à la base de la colonne.

          Les moyens d'injection 2 du gaz oxydant sont par exemple constitués par un émulseur (encore appelé trompe à vide ou hydroinjecteur). Il est également  
15 possible d'utiliser des appareils de type « Venturi » à émulsion, ou tout autre appareillage permettant la formation de micro-bulles de gaz oxydant dans le liquide à traiter.

          Le matériau utilisé pour améliorer la réactivité de l'ozone est un matériau solide minéral en poudre présent dans le réacteur dans une proportion comprise  
20 entre 0,5 g/l et 50 g/l.

          Selon le présent mode de réalisation, ce matériau catalyseur est de l'alumine boehmite ( $\gamma \text{ Al}_2\text{O}_3$ ), calciné à une température inférieure à 600°C. On note que l'alumine boehmite peut être utilisée pure ou sous une forme enrichie en substances métalliques (notamment en vue d'accroître sa capacité  
25 d'adsorption des matières organiques).

          De plus, le matériau catalyseur est finement divisé de telle sorte que le diamètre de ses particules soit inférieur à 50  $\mu\text{m}$  (préférentiellement, les particules ont un diamètre d'environ 30  $\mu\text{m}$ ), le catalyseur présentant donc une surface d'échange très importante permettant l'adsorption de la majeure partie  
30 des matières organiques de l'effluent.

Par ailleurs, la séparation des particules de catalyseur contenues dans l'effluent est obtenue par le dispositif de filtration à membranes 4, réalisé à l'aide de membranes dont les pores présentent préférentiellement des dimensions inférieures à 0,1  $\mu\text{m}$ . Préférentiellement, ces membranes sont réalisées en  
5 céramique ou en un polymère organique résistant à l'ozone.

On note que, notamment en fonction de la dimension des particules du catalyseur, les membranes utilisées pourront être des membranes de micro-filtration, d'ultra-filtration ou de nano-filtration.

On note également que la transition entre le lit fluidisé du matériau catalyseur 3 et les membranes 4 est telle que le catalyseur forme une pré-couche  
10 à la surface des membranes 4.

Selon le présent mode de réalisation, la filtration de l'effluent est effectuée par aspiration en configuration externe-interne, à l'aide d'une pompe 8 prévue sur la canalisation d'évacuation 10, ladite pompe permettant d'obtenir  
15 une pression d'aspiration d'environ 0,8 bar.

Par ailleurs, on prévoit une boucle de re-circulation 7 de l'effluent, à l'aide de laquelle on fait recirculer l'effluent dans le réacteur, de façon continue (ou semi-continue selon un autre mode de réalisation envisageable). Une boucle de recirculation 6 des gaz provenant de l'évent 5 est également prévu.

20 D'autres modes de réalisation ou perfectionnements sont bien entendu envisageables, notamment en prévoyant des moyens d'ajout dans le réacteur d' $\text{H}_2\text{O}_2$ , en tant que seul oxydant ou combiné avec l'ozone.

Deux tests réalisés avec l'installation selon l'invention vont maintenant être décrits.

25 Ces tests ont été réalisés en prenant comme effluent à traiter, une eau chargée produite par l'industrie cosmétique et ayant subi un pré-traitement biologique.

#### Tests en mode batch.

Une première série de tests est réalisée en mode batch. On introduit 5  
30 litres d'effluent dans le réacteur. L'oxydation de l'effluent est réalisée dans ce

réacteur dans lequel de l'ozone est injectée de façon continue, l'eau traitée étant séparée du catalyseur ( $\gamma \text{ Al}_2\text{O}_3$ ) à l'aide de membranes de micro-filtration immergées, le perméat étant recirculé de façon continue dans le réacteur.

5 Selon un premier test, on prévoit de traiter avec un débit recirculé de perméat de 10 l/h et un temps d'exposition de 60 mn, un effluent présentant une DCO (Demande Chimique en Oxygène) de 213 mg/l et un taux de COT (Carbone Organique Total) de 75,8 mg/l. Le traitement effectué est un traitement à l'ozone seul (sans catalyseur), l'ozone étant injectée à raison de 4,6 g  $\text{O}_3$ /g DCO.

10 Les résultats de ce premier test sont les suivants :

- DCO final : 74,8 mg/l, soit un abattement de 64,9 %
- COT final : 34,1 mg/l, soit un abattement de 55 %
- quantité  $\text{O}_3$  consommée/COT éliminé : 8,4

15 Selon un deuxième test, on prévoit de traiter avec un débit recirculé de perméat de 10 l/h et un temps d'exposition de 60 mn, un effluent présentant une DCO (Demande Chimique en Oxygène) de 181 mg/l et un taux de COT (Carbone Organique Total) de 61,4 mg/l. Le traitement effectué est un traitement à l'ozone en présence d'un catalyseur présent à raison de 20 g/l, l'ozone étant injectée à raison de 4,7 g  $\text{O}_3$ /g DCO.

20 Les résultats de ce deuxième test sont les suivants :

- DCO final : 47,7 mg/l, soit un abattement de 73,6 %
- COT final : 19,9 mg/l, soit un abattement de 67,6 %
- quantité  $\text{O}_3$  consommée/COT éliminé : 6,3

25 Ces premiers tests indiquent clairement que l'oxydation catalysée suivie d'une filtration membranaire dans une installation selon l'invention, procure un meilleur abattement tant de DCO que de COT, comparé à un traitement à l'ozone seul, ceci avec une moindre consommation d'ozone.

#### Tests en mode continu.

30 Une seconde série de tests est réalisée en continu. On injecte un effluent à

traiter dans le réacteur avec un débit de 10l/h. L'oxydation de l'effluent est réalisée dans ce réacteur dans lequel de l'ozone est injectée de façon continue, l'eau traitée étant séparée du catalyseur ( $\gamma$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) à l'aide de membranes de micro-filtration immergées, le perméat n'étant pas recirculé dans le réacteur, à l'inverse du mode semi-continu

Selon un premier test, on prévoit de traiter avec un débit de 10 l/h et un temps d'exposition de 2 h, un effluent présentant une DCO (Demande Chimique en Oxygène) de 185 mg/l. Le traitement effectué est un traitement à l'ozone seul (sans catalyseur), l'ozone étant injectée à raison de 3,8 g  $\text{O}_3$ /g DCO.

Les résultats de ce test sont les suivants :

- DCO final : 104 mg/l, soit un abattement de 43,8 %
- COT final : 44,5 mg/l, avec un abattement de 35,7 %
- quantité  $\text{O}_3$  consommée/COT éliminé : 11,1

Selon un deuxième test, on prévoit de traiter avec un débit de 10 l/h et un temps d'exposition de 48 h, un effluent présentant une DCO (Demande Chimique en Oxygène) de 200 mg/l et un taux de COT (Carbone Organique Total) de 69,2 mg/l. Le traitement effectué est un traitement à l'ozone en présence d'un catalyseur présent à raison de 20 g/l, l'ozone étant injectée à raison de 4,2 g  $\text{O}_3$ /g DCO.

Les résultats de ce deuxième test sont les suivants :

- DCO final : 100 mg/l, soit un abattement de 50 %
- COT final : 40 mg/l, soit un abattement de 42,2 %
- quantité  $\text{O}_3$  consommée/COT éliminé : 9,9

Selon un troisième test, on prévoit de traiter avec un débit de 10 l/h et un temps d'exposition de 5 h, un effluent présentant une DCO (Demande Chimique en Oxygène) de 200 mg/l. Le traitement effectué est un traitement à l'ozone en présence d'un catalyseur présent à raison de 20 g/l, avec ajout d' $\text{H}_2\text{O}_2$ , l'ozone étant injectée à raison de 5,9 g  $\text{O}_3$ /g DCO.

Les résultats de ce troisième test sont les suivants :

- DCO final : 72 mg/l, soit un abattement de 64 %

- COT final : 24,4 mg/l, avec un abattement de 64,7 %
- quantité O<sub>3</sub> consommée/COT éliminé : 9,1

Ces tests indiquent que le procédé et l'installation selon l'invention permettent d'obtenir de très bons résultats comparés à d'autres traitements.



## REVENDICATIONS

1. Installation d'épuration d'un effluent aqueux chargé en matière organique, du type comprenant au moins un réacteur (1) présentant au moins une  
5 arrivée (9) dudit effluent, au moins une sortie (10) dudit effluent, au moins un évent (5), des moyens d'injection (2) d'au moins un gaz oxydant, ledit réacteur contenant un lit d'un matériau (3) permettant de catalyser la réaction d'oxydation de ladite matière organique dudit effluent et/ou d'adsorber cette matière organique,
- 10 caractérisée en ce que ledit réacteur intègre également un dispositif de filtration à membranes immergées (4) et en ce que ledit réacteur (1) définit une unique chambre intégrant les traitements d'oxydation et de filtration dudit effluent, ladite chambre étant prévue de telle sorte que ledit effluent et ledit gaz oxydant soient injectés à co-courant en direction dudit lit de matériau catalyseur (3) puis  
15 dudit dispositif de filtration à membranes (4).
2. Installation d'épuration selon la revendication 1, caractérisée en ce que ledit matériau (3) est constitué par un matériau solide minéral présentant une capacité d'adsorption des matières organiques.
3. Installation d'épuration selon la revendication 2, caractérisée en ce que  
20 ledit solide minéral est dopé en substances métalliques.
4. Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que ledit matériau (3) est présent dans ledit réacteur (1) sous forme d'un lit fluidisé.
5. Installation d'épuration selon la revendication 4, caractérisée en ce que  
25 ledit matériau (3) présente une granulométrie inférieure à 100  $\mu\text{m}$ .
6. Installation d'épuration selon la revendication 5, caractérisée en ce que ledit matériau (3) présente une granulométrie comprise entre environ 10nm et environ 40  $\mu\text{m}$ .
7. Installation d'épuration selon l'une des revendications 2 à 6, caractérisée  
30 en ce que ledit matériau (3) comprend l'un au moins des matériaux appartenant

## REVENDICATIONS

1. Installation d'épuration d'un effluent aqueux chargé en matière organique, du type comprenant au moins un réacteur (1) présentant au moins une  
5 arrivée (9) dudit effluent, au moins une sortie (10) dudit effluent, au moins un évent (5), des moyens d'injection (2) d'au moins un gaz oxydant, ledit réacteur contenant un lit d'un matériau (3) permettant de catalyser la réaction d'oxydation de ladite matière organique dudit effluent et/ou d'adsorber cette matière organique,  
10 caractérisée en ce que ledit réacteur intègre également un dispositif de filtration à membranes immergées (4) et en ce que ledit réacteur (1) définit une unique chambre intégrant les traitements d'oxydation et de filtration dudit effluent, ladite chambre étant prévue de telle sorte que ledit effluent et ledit gaz oxydant soient injectés à co-courant en direction dudit lit de matériau catalyseur (3) puis  
15 dudit dispositif de filtration à membranes (4).
2. Installation d'épuration selon la revendication 1, caractérisée en ce que ledit matériau (3) est constitué par un matériau solide minéral présentant une capacité d'adsorption des matières organiques.
3. Installation d'épuration selon la revendication 2, caractérisée en ce que  
20 ledit solide minéral est dopé en substances métalliques.
4. Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que ledit matériau (3) est présent dans ledit réacteur (1) sous forme d'un lit fluidisé.
5. Installation d'épuration selon la revendication 4, caractérisée en ce que  
25 ledit matériau (3) présente une granulométrie inférieure à 100  $\mu\text{m}$ .
6. Installation d'épuration selon la revendication 5, caractérisée en ce que ledit matériau (3) présente une granulométrie comprise entre environ 10nm et environ 40  $\mu\text{m}$ .
7. Installation d'épuration selon l'une des revendications 2 à 6, caractérisée  
30 en ce que ledit matériau (3) comprend l'un au moins des matériaux appartenant

au groupe suivant :

- alumine ;
- titane;
- charbon ;
- 5        - charbon actif ;
- oxydes polymétalliques.

8.        Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que les membranes (4) sont des membranes de micro-filtration.

10       9.        Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que les membranes (4) sont des membranes d'ultra-filtration.

10.       Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que les membranes (4) sont des membranes de nano-filtration.

11.       Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 8 à 10, caractérisée en ce que lesdites membranes (4) sont de type minéral.

15       12.       Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 8 à 10, caractérisée en ce que lesdites membranes (4) sont de type organique.

13.       Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisée en ce que ledit matériau catalyseur (3) forme une pré-couche à la surface dudit dispositif de filtration à membranes (4).

20       14.       Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisée en ce que ledit gaz oxydant comprend l'un au moins des oxydants appartenant au groupe suivant :

- air ;
- ozone ;
- 25       - air ozoné ;
- oxydes d'azote ;
- oxygène ;

30       15.       Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens d'ajout d' $H_2O_2$  dans ledit réacteur.

au groupe suivant :

- alumine ;
  - titane;
  - charbon ;
  - 5        - charbon actif ;
  - oxydes polymétalliques.
8.        Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que les membranes (4) sont des membranes de micro-filtration.
9.        Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que les membranes (4) sont des membranes d'ultra-filtration.
- 10        10.        Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que les membranes (4) sont des membranes de nano-filtration.
11.        Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 8 à 10, caractérisée en ce que lesdites membranes (4) sont de type minéral.
- 15        12.        Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 8 à 10, caractérisée en ce que lesdites membranes (4) sont de type organique.
13.        Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisée en ce que ledit matériau catalyseur (3) forme une pré-couche à la surface dudit dispositif de filtration à membranes (4).
- 20        14.        Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisée en ce que ledit gaz oxydant comprend l'un au moins des oxydants appartenant au groupe suivant :
- air ;
  - ozone ;
  - 25        - air ozoné ;
  - oxydes d'azote ;
  - oxygène ;
15.        Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens d'ajout d' $H_2O_2$  dans ledit
- 30        réacteur.

16. Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 15, caractérisée en ce qu'elle comprend une boucle de re-circulation (7) dudit effluent dans ledit réacteur.
- 5 17. Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 16 caractérisée en ce qu'elle comprend une boucle de re-circulation (6) des gaz provenant dudit évent (5).
18. Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, caractérisée en ce que ledit réacteur (1) est réalisé sous la forme d'une colonne non agitée mécaniquement.
- 10 19. Procédé mis en oeuvre à l'aide d'une installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, caractérisé en ce que l'injection dudit gaz oxydant dans ledit réacteur (1) est réalisé de façon continue. la durée de contact entre ledit effluent et ledit matériau (3) étant comprise entre environ 5 minutes et environ 3 heures.
- 15 20. Procédé mis en oeuvre à l'aide d'une installation selon la revendication 19, caractérisé en ce que la durée de contact entre ledit effluent et ledit matériau (3) est comprise entre environ 5 minutes et environ 3 heures.
21. Procédé mis en oeuvre à l'aide d'une installation selon la revendication 20, caractérisé en ce que la durée de contact entre ledit effluent et ledit matériau (3) est comprise entre environ 30 minutes et environ 60 minutes.
- 20 22. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 21, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de re-circulation dudit effluent.
23. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 22 caractérisé en ce qu'il comprend une étape de re-circulation des gaz.
- 25 24. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 23, caractérisé en ce que l'étape de filtration est effectuée par aspiration en configuration externe-interne.
25. Procédé selon la revendication 24, caractérisé en ce que ladite étape de filtration est réalisée avec une pression d'aspiration inférieure à 1 bar.
- 30 26. Procédé selon la revendication 25, caractérisé en ce que ladite étape de

16. Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 15, caractérisée en ce qu'elle comprend une boucle de re-circulation (7) dudit effluent dans ledit réacteur.
17. Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 16  
5 caractérisée en ce qu'elle comprend une boucle de re-circulation (6) des gaz provenant dudit évent (5).
18. Installation d'épuration selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, caractérisée en ce que ledit réacteur (1) est réalisé sous la forme d'une colonne non agitée mécaniquement.
- 10 19. Procédé mis en oeuvre à l'aide d'une installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, caractérisé en ce que l'injection dudit gaz oxydant dans ledit réacteur (1) est réalisé de façon continue.
20. Procédé selon la revendication 19, caractérisé en ce que la durée de  
15 contact entre ledit effluent et ledit matériau (3) est comprise entre environ 5 minutes et environ 3 heures.
21. Procédé selon la revendication 20, caractérisé en ce que la durée de contact entre ledit effluent et ledit matériau (3) est comprise entre environ 30 minutes et environ 60 minutes.
22. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 21, caractérisé en  
20 ce qu'il comprend une étape de re-circulation dudit effluent.
23. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 22 caractérisé en ce qu'il comprend une étape de re-circulation des gaz.
24. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 23, caractérisé en ce que l'étape de filtration est effectuée par aspiration en configuration externe-  
25 interne.
25. Procédé selon la revendication 24, caractérisé en ce que ladite étape de filtration est réalisée avec une pression d'aspiration inférieure à 1 bar.
26. Procédé selon la revendication 25, caractérisé en ce que ladite étape de filtration est réalisée avec une pression d'aspiration comprise entre environ 0,1  
30 bar et environ 0,8 bar.

filtration est réalisée avec une pression d'aspiration comprise entre environ 0,1 bar et environ 0,8 bar.

Fig. 1

The diagram illustrates a catalytic reactor system. A rectangular reactor vessel (1) is shown, containing a catalyst bed (3) and a central vertical tube (4). The catalyst bed is filled with catalyst particles (represented by solid circles) and ozone (represented by open circles). A flow of gas (5) enters the reactor from the top, passes through the catalyst bed, and exits from the bottom. The gas flow is controlled by a valve (6). The reactor is connected to a power source (7) via a cable (8). The power source is connected to the reactor through a switch (9). The reactor is also connected to a gas inlet (10) and a gas outlet (11). The gas inlet is labeled  $O_3$ . The gas outlet is labeled  $O_2$ . The reactor is also connected to a gas inlet (12) and a gas outlet (13). The gas inlet is labeled  $O_3$ . The gas outlet is labeled  $O_2$ .



1/1

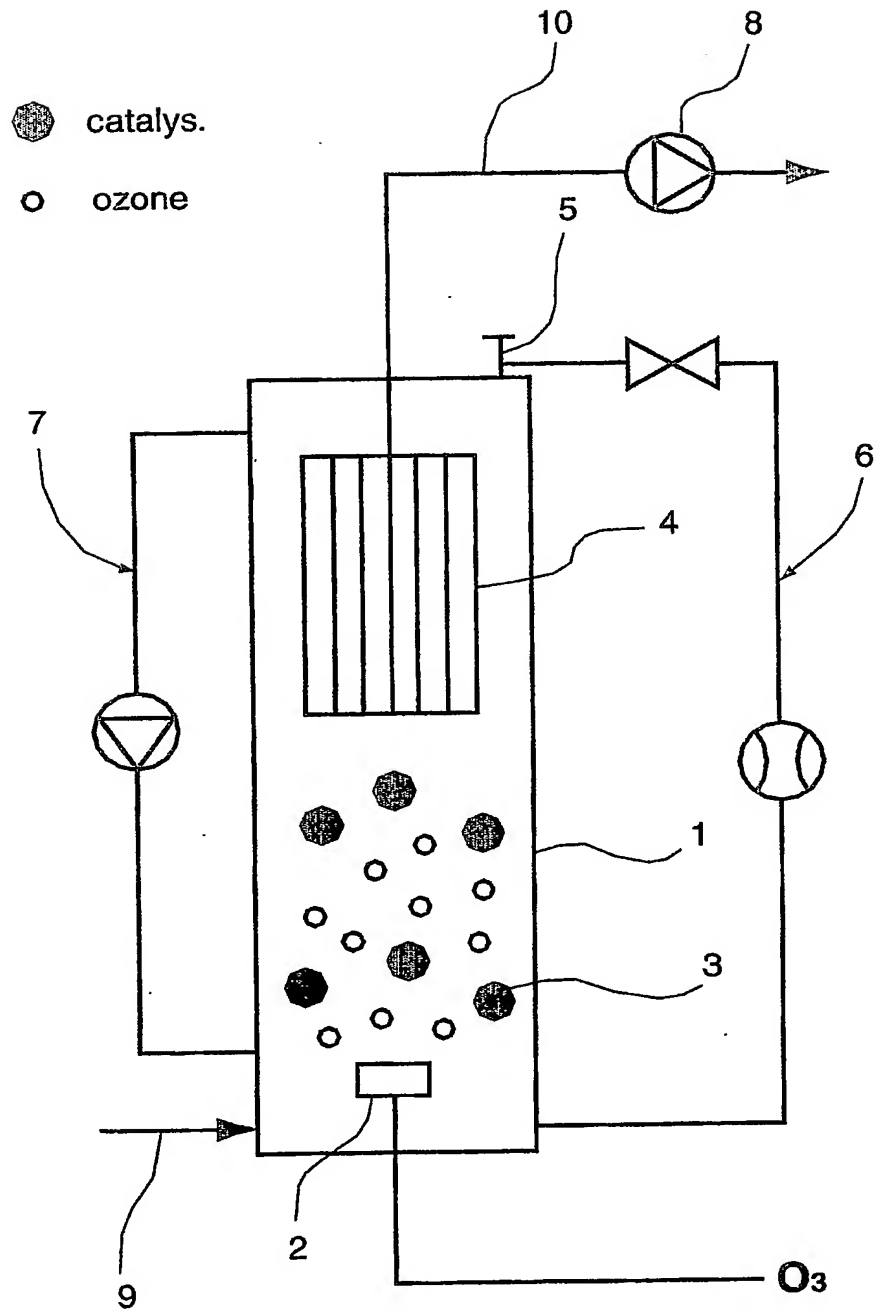


Fig. 1

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

**DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S)** Page N° 1.../1...

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 @ W / 270601

<b>Vos références pour ce dossier (facultatif)</b>		8706
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>		0312765
<b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)		
Installation et procédé d'épuration d'un effluent aqueux par oxydation et par filtration membranaire		
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b>		
OTV SA L'Aquarène 1, place Montgolfier 94417 SAINT-MAURICE CEDEX		
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b>		
<b>1</b>	<b>Nom</b>	DAINES
	<b>Prénoms</b>	Catherine
<b>Adresse</b>	<b>Rue</b>	75 Avenue Auguste Renoir
	<b>Code postal et ville</b>	7181610 MARLY LE ROI
<b>Société d'appartenance (facultatif)</b>		
<b>2</b>	<b>Nom</b>	SCHROTTER
	<b>Prénoms</b>	Jean-Christophe
<b>Adresse</b>	<b>Rue</b>	38 Avenue Albine Résidence Pascal - Bat. B
	<b>Code postal et ville</b>	7181610 MAISONS-LAFFITTE
<b>Société d'appartenance (facultatif)</b>		
<b>3</b>	<b>Nom</b>	PAILLARD
	<b>Prénoms</b>	Hervé
<b>Adresse</b>	<b>Rue</b>	L'Embrunchère Vernon
	<b>Code postal et ville</b>	1813410 LA VILLEDIEU DU CLAIN
<b>Société d'appartenance (facultatif)</b>		
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.		
<b>DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>		
le 12 décembre 2003		
D. LARCHER (CPI 94-1201)		

PCT/FR2004/002653

